

50

Int. Cl. 2:

C 01 F 7/30

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Behördenbesitz

DT 25 24 541 A 1

11

## Offenlegungsschrift 25 24 541

21

Aktenzeichen: P 25 24 541.4

22

Anmeldetag: 3. 6. 75

23

Offenlegungstag: 23. 12. 76

30

Unionspriorität:

51

Bezeichnung: Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat

71

Anmelder: Aluminium Pechiney, Lyon (Frankreich)

74

Vertreter: Fischer, E., Dr., Rechtsanw., 6000 Frankfurt

75

Erfinder: Marchessaux, Philippe, Aix-en-Provence (Frankreich);  
Reh, Lothar, Dr.-Ing., 6000 Bergen-Enkheim; Plass, Ludolf, Dr.-Ing.,  
6242 Kronberg; Schmidt, Hans-Werner, Dr.-Ing., 6000 Frankfurt;  
Schoene, Günther, 6092 Kelsterbach

55

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DT-OS 17 67 628

= US 35 79 616

1 11 22 24 27 29 31

ALUMINIUM PECHINEY  
28, rue de Bonnel  
69003 Lyon  
Frankreich

Frankfurt/M., den 9. Mai 1975  
DrOz/MRei

2524541

Prov.-Nr. 7622 LC

Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat bei einem Wirbelzustand mit stark aufgelockerter Wirbelschicht und einem Gefälle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Schachtes, wobei die Feststoffe vom Gas getrennt und mindestens teilweise in das Wirbelbett zurückgeführt werden, dem Prozeß zu unterwerfendes Material in mindestens einem mit den Abgasen des Wirbelschichtofens betriebenen Schwebeaustauscher vorentwässert, erhitzt und/oder teilweise gespalten und dem Wirbelschichtreaktor zugeleitet wird, das Reaktionsprodukt einem Wirbelküller aufgegeben wird, der mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus dem Wirbelküller austretenden erhitzten Fluidisierungsgases dem Wirbelschichtofen als Sekundärgas oberhalb des Gasverteilers zugeleitet wird und die zur Durchführung der Reaktion erforderliche Beheizung durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung erfolgt

609852/0376

Zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat ist . neben Verfahren in der "klassischen" Wirbelschicht, also mit einem Verteilungszustand, bei dem eine dichte Phase durch einen deutlichen Dichtesprung von dem darüber befindlichen Gas- oder Staubraum getrennt ist (DT-OS 1 667 195, DT-OS 2 261 083), auch ein solches bekannt, das sich einer sogenannten stark expandierten Wirbelschicht bedient (DT-OS 1 767 628). Hierbei liegen Verteilungszustände ohne definierte obere Grenzschicht vor, die erhalten werden, indem eine wesentlich höhere Gasgeschwindigkeit eingestellt wird, als zur Aufrechterhaltung einer klassischen Wirbelschicht zulässig ist, und bei der der Feststoff vom Gas schnell aus dem Reaktor ausgetragen würde, wenn nicht ständig neues Material nachgespeist wird. Die Feststoffkonzentration ist niedriger als im Bett, aber erheblich höher als im Staubraum einer klassischen Wirbelschicht. Ein Dichtesprung zwischen dichter Phase und darüber befindlichem Staubraum ist nicht vorhanden, jedoch nimmt innerhalb des Reaktors die Feststoffkonzentration von unten nach oben kontinuierlich ab.

Mit dem Verfahren der DT-OS 1 767 628 gelingt insbesondere eine weitestgehende Ausnutzung der Abwärme von Abgas und ausgetragenem Feststoff, so daß eine maximale Brennstoffausnutzung, d.h. optimale Wärmeverbrauchszahl, erreichbar ist. Die Verbrennung in zwei Stufen, nämlich zunächst nur mit Fluidisierungsgas unterstöchiometrisch im Bereich hoher Dispersionsdichte, dann in Gegenwart von Sekundärgas stöchiometrisch bzw. geringfügig überstöchiometrisch schließt Überhitzungen einzelner Bereiche des Wirbelbettes aus. Hohe Temperaturkonstanz und genaue Temperatursteuerung sind möglich.

Trotz dieser großen Vorteile weist dieses bekannte Verfahren bei seiner Anwendung auf die Spaltung von Aluminiumchloridhydrat einen Nachteil dann auf, wenn aus reaktionstechnischen Gründen, z.B. wegen Phasenumwandlungen oder Erzielung hoher Produktreinheit, hohe Mindestverweilzeiten des gebildeten Aluminiumoxid im Reaktorsystem erforderlich sind. Zwar ist auch bei dem bekannten Verfahren eine hohe Mindestverweilzeit durch Vergrößerung der Ofenhöhe erreichbar, jedoch steigt hierbei der Druckverlust im Wirbelschichtreaktor und damit der Energiebedarf erheblich an.

Eine Erhöhung jedoch nur der mittleren Verweilzeit ist erreichbar entweder bei konstanter Suspensionsdichte im Wirbelschichtreaktor durch Herabsetzung der Produktionsmenge (gleicher Druckverlust) oder bei konstanter Produktionsmenge durch Vergrößerung der Suspensionsdichte, was mit einem starken Anwachsen des Druckverlustes und der Feststoffrezirkulation weit über das technisch erforderliche Maß hinaus verbunden ist.

Aufgabe der Erfindung ist, unter Beibehaltung der Vorteile des eingangs genannten Verfahrens die vorstehend im Zusammenhang mit hohen Mindestverweilzeiten bzw. mittleren Verweilzeiten erwähnten Nachteile zu beseitigen, ohne gleichzeitig einen zusätzlichen verfahrensmäßigen Aufwand in Kauf nehmen zu müssen.

Die Aufgabe wird gelöst, indem das Verfahren der eingangs genannten Art entsprechend der Erfindung in der Weise ausgestaltet wird, daß die vom Gas abgetrennten Feststoffe in einen mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierten Verweilzeitreaktor eingetragen werden, ein Feststoffteilstrom zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in den Wirbelschichtofen kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom

nach hinreichend langer Verweilzeit dem Wirbelkühler zugeleitet wird.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt mithin in einem im wesentlichen aus einem Wirbelschichtreaktor und einem Verweilzeitreaktor bestehenden, das Kernstück des Verfahrens bildenden System, indem die einzelnen Phasen der Gesamtreaktion entsprechend den reaktionstechnischen Erfordernissen den beiden Reaktoren zugeordnet werden. Der beim Spaltprozeß den Hauptanteil des Wärmebedarfs verbrauchende Schritt der Aufheizung der Teilchen erfolgt im Wirbelschichtreaktor (Hauptreaktion). Das Erreichen der endgültigen Produktqualität, das gegenüber der Hauptreaktion eine vergleichsweise längere Reaktionszeit (Nachreaktion), z.B. aufgrund von Phasenumwandlungen oder Diffusionsprozessen, erfordert und nur noch einer geringen Wärmezufuhr bedarf, geschieht dann im Verweilzeitreaktor. Teilchen im Korngrößenbereich von beispielsweise 20 bis 300  $\mu\text{m}$ , bezogen auf die mittlere Korngröße  $d_p$  50, werden sehr rasch aufgeheizt und reagieren aufgrund ihrer hohen spezifischen Oberfläche sehr schnell, so daß in den meisten Fällen ca. 90% der Gesamtreaktion bereits nach dem ersten Verlassen des Wirbelschichtreaktors abgelaufen sind. Die restliche Reaktion erfolgt dann wirtschaftlicher sowie produkt- und appratuschonender im Verweilzeitreaktor.

Das erfindungsgemäße Verfahren verbindet die Möglichkeit einer intensiven Wärmezufuhr im Wirbelschichtreaktor mit den Vorteilen der weichen, weil zweistufigen insgesamt nahstöchiometrischen Verbrennung. Die aus den obengenannten Verweilzeiterfordernissen resultierenden Nachteile werden vermieden durch den Eintrag der von den Gasen abgeschiedenen Feststoffe in den Verweilzeitreaktor, von dem gerade so viel Feststoff zurückgeführt wird, als zur Einstellung der Suspensionsdichte im Wirbelschichtreaktor und als gegebenenfalls zur Vermeidung

nennenswerter Temperaturunterschied im Gesamtsystem Wirbelschichtreaktor/Verweilzeitreaktor notwendig ist.

Vorzugsweise werden die Betriebsbedingungen im Wirbelschichtreaktor und die Rückführung von Feststoff aus dem Verweilzeitreaktor unter Berücksichtigung des neu aufgegebenen Materials derart gewählt, daß in der Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung eine mittlere Suspensionsdichte von 20 bis 300 kg/m<sup>3</sup> und in der Zone oberhalb der Sekundär-gasleitung eine solche von 1 bis 20 kg/m<sup>3</sup> resultiert.

Bei den vorgenannten Bedingungen herrscht im Wirbelschichtreaktor ein Druckverlust von etwa 250 bis 900 mm WS.

Bei Definition dieser Betriebsbedingungen für den Wirbelschichtreaktor über die Kennzahlen von Froude und Archimedes ergeben sich die Bereiche:

$$0,1 < 3/4 \cdot Fr^2 \cdot \frac{\varrho_g}{\varrho_k - \varrho_g} < 10$$

bzw.

$$0,1 < Ar < 100,$$

wobei

$$Ar = \frac{d_k^3 \cdot g(\varrho_k - \varrho_g)}{\varrho_g \cdot V^2} \text{ ist.}$$

Es bedeuten:

Fr die Froudezahl

Ar die Archimedeszahl

$\varrho_g$  die Dichte des Gases in kg/m<sup>3</sup>

g die Gravitationskonstante in m/sec.<sup>2</sup>

- $\varrho_k$  die Dichte des Feststoffteilchens in  $\text{kg/m}^3$   
 $d_k$  den Durchmesser des kugelförmigen Teilchens in m  
 $\nu$  die kinematische Zähigkeit in  $\text{m}^2/\text{sec.}$

Die Suspensionsdichte im Verweilzeitreaktor ist demgegenüber aufgrund der geringen Fluidisierungsgasgeschwindigkeit, die im wesentlichen lediglich eine Durchmischung des Feststoffs bewirken soll, erheblich höher. Um den vollen Nutzen des Verweilzeitreaktors auszuschöpfen, sollte die Suspensionsdichte größer als  $600 \text{ kg/m}^3$  sein.

In der Definition bezüglich Froude und Archimedes ergeben sich

der gleiche Archimedeszahlbereich wie im Wirbelschichtreaktor und

eine Froudezahl entsprechend

$$\frac{3}{4} \cdot Fr^2 \cdot \frac{\varrho_g}{\varrho_k - \varrho_g} < 5 \cdot 10^{-3}$$

Die Abmessung von Wirbelschichtreaktor und Verweilzeitreaktor relativ zueinander werden im wesentlichen von der zur Erzeugung einer bestimmten Produktqualität erforderlichen mittleren Gesamtverweilzeit bestimmt. Im allgemeinen ist es vorteilhaft, die mittlere Verweilzeit der Feststoffe im Wirbelschichtreaktor auf 10 bis 30 Minuten und im Verweilzeitreaktor auf das zwei- bis zehnfache einzustellen.

Bei der Definition der mittleren Verweilzeit im Wirbelschichtreaktor geht die aus dem Verweilzeitreaktor rückgeföhrte Feststoffmenge mit ein und ist errechenbar aus der Summe der mittleren Suspensionsdichten in beiden Reaktoren bezogen auf die stündliche Produktmenge.

Die Wahl der Fluidisierungs- und Sekundärgasmengen, insbesondere aber die Aufteilung beider Gasströme und die Höhe der Sekundärgaszuführung, geben zusätzliche Regelungsmöglichkeiten an die Hand.

In einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung wird das Sekundärgas in einer Höhe zugeführt, die bei 10 bis 30% der Gesamthöhe des Wirbelschichtreaktors liegt. Das\*Verhältnis von dem Wirbelschichtreaktor zugeführtem Sekundärgas zu Fluidisierungsgas wird zweckmäßigerweise auf 10 : 1 bis 1 : 1 eingestellt.

Sofern zur Einstellung der erforderlichen Suspensionsdichte im Wirbelschichtreaktor eine nur geringe Rückführung von Feststoff aus dem Verweilzeitreaktor notwendig, jedoch eine vergleichsweise lange Gesamtverweilzeit erwünscht ist, ist es zweckmäßig, im Verweilzeitreaktor durch direkte Brennstoffzugabe zuzuheizen. Im Hinblick auf die Temperatur im System dient dann die Zirkulation nicht der vollständigen Deckung, z.B. der Abstrahlungsverluste des Verweilzeitreaktors, sondern lediglich der Feinregulierung.

Eine vorteilhafte Steuerung der Abgastemperatur bei insbesondere feuchtem Aufgabegut ist dadurch erzielbar, daß das dem Prozeß zu unterwerfende Material dem Wirbelschichtreaktor teilweise direkt und teilweise indirekt nach Entzug von Wärme des Abgasstromes aufgegeben wird. Durch geeignete Aufteilung kann beispielsweise eine für die Reinigung des Abgases im Elektrofilter vorteilhafte Temperatur eingestellt und eine Unterschreitung des Taupunktes vermieden werden.

Im Hinblick auf eine weitgehende Wärmewirtschaftlichkeit sieht eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung vor, den abgeföhrten Feststoffteilstrom in einem Wirbelkühler, der mehrere nacheinander durchfließbare Kühlkammern aufweist, zu kühlen. Dieser Wirbelkühler

kann zusätzlich mit in die Kammern eintauchenden Kühlregistern ausgestattet sein, in denen beispielsweise Fluidisierungsgas für den Wirbelschichtreaktor und/oder für den Verweilzeitreaktor aufgeheizt wird.

Die den Reaktoren zugeführten Gasmengen werden zweckmäßigerweise derart gewählt, daß im Wirbelschichtreaktor eine Gasgeschwindigkeit von 3 bis 15 m/sec., vorzugsweise 4 bis 10 m/sec., und im Verweilzeitreaktor Geschwindigkeiten von 0,1 bis 0,3 m/sec., jeweils auf den leeren Reaktor bezogen, herrschen.

Die Arbeitstemperaturen sind in weiten Grenzen beliebig und richten sich im wesentlichen nach der angestrebten Produktqualität. Sie können in einem Bereich von etwa 650 bis 1050 °C liegen.

Als Fluidisierungs- und Sekundärgas, das in jedem Fall Sauerstoff enthält, kann Luft eingesetzt werden. Um eine hohe Konzentration an Chlorwasserstoff im Abgas zu erhalten, ist es vorteilhaft, als Fluidisierungsgas und/oder als Sekundärgas sauerstoffreiche Gase, vorzugsweise mit Sauerstoffgehalten bis 70 Vol.%, einzusetzen.

Die den Schwebearauscher verlassenden Abgase werden vor Absorption des darin enthaltenen Chlorwasserstoffes zweckmäßigerweise in einem Elektrofilter oder einem Venturi-Wäscher von mitgeführten Feststoffen feingereinigt. Der abgeschiedene Feststoff oder aber die im Wäscher anfallende Trübe kann in den Reaktor zurückgeführt werden.

Die Erfindung wird anhand der Figuren und des Ausführungsbeispiels beispielsweise und näher erläutert.

Es veranschaulichen

Figur 1 eine schematische Darstellung der das Kernstück des Verfahrens bildenden aus Wirbelschichtreaktor und Verweilzeitreaktor bestehenden Systems und

Figur 2 ein Fließschema der bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens.

In der Darstellung gemäß Figur 1 wird in den Wirbelschichtreaktor 1, der über Leitung 2 mit Fluidisierungsgas beaufschlagt wird, über Leitung 3 vorgewärmtes Gut aufgegeben. Der Eintrag von Sekundärgas erfolgt über die Zuführleitung 4, der von Brennstoff über Leitung 5. Der durch die herrschenden Betriebsbedingungen aus dem Wirbelschichtreaktor 1 ausgetragene Feststoff wird im oberen Bereich des Verweilzeitreaktors 6 vom Gas abgetrennt und gelangt in den unteren durch die Zuführung von Gas über Leitung 7 schwach fluidisierten Bereich. Die kontrollierte Rückführung von Feststoff in den Wirbelschichtreaktor 1 geschieht über Leitung 8, die Entnahme über Austragsvorrichtung 9. Mit 10 ist eine zusätzliche Brennstoffleitung zum eventuellen zusätzlichen Beheizen des Verweilzeitreaktors 6 ange deutet.

Im Fließschema gemäß Figur 2 wird das filterfeuchte Aluminiumchloridhydrat von einem Aufgabebunker 11 über die Dosierbandwaage 12, die verstellbare Verteilerschurre 13 und die nachgeschaltete Eintragsvorrichtung 14 in den als Venturi-Trockner 15 ausgebildeten Schwebetauscher eingetragen und mit dem Abgasstrom aus dem Wirbelschichtreaktor 1 gemischt. Durch die mit dem Abgasstrom zugeführte Wärme

wird die Oberflächenfeuchte verdampft und das Chlorid zum Teil gespalten.

Das vorgetrocknete und teilweise gespaltene Chlorid wird mit dem Abgasstrom aus dem Venturi-Trockner 15 ausgetragen und in mindestens einem Entstaubungszyklon 19 abgeschieden. Die Endreinigung des Abgases erfolgt in einem Elektrofilter 20. Das gereinigte Abgas verlässt die Anlage am Austritt des Elektrofilters und gelangt in die Absorptionsvorrichtung (nicht dargestellt).

Zur Vermeidung von Überhitzungen des Abgassystems wird bei Betriebsstörungen automatisch über die Rohrleitung 21 und die Düse 22 Wasser oder Chlorwasserstofflösung in den Venturi-Trockner 15 eingespritzt.

Der im Entstaubungszyklon 19 abgeschiedene Feststoff gelangt über die Rückführleitung 23 in den Wirbelschichtreaktor 1. Der im Elektrofilter 20 anfallende Feststoff wird gesammelt und ebenfalls der Rückführleitung 23 zugeführt.

Die Kalzination des vorgetrockneten und schon teilweise gespaltenen Chlorids erfolgt in dem Wirbelschichtreaktor 1. Die notwendige Wärmemenge für die restliche Spaltung und Kalzination zu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird dem System mit Brennerlanzen durch direkte Eindüsung des Brennstoffs in die Wirbelschicht zugeführt. Als Brennstoffe können Heizöl oder Heizgas verwendet werden.

Die benötigte Verbrennungs- und Wirbelgasmenge wird einmal als Fluidisierungsgas 2 unter dem Gasverteiler und einmal als Sekundärgas über Leitung 4 oberhalb des Gasverteilers zugeführt.

Das in dem heißen Verbrennungsgasstrom mitgeführte Material wird im Oberteil des Verweilzeitreaktors 6 abgeschieden und gelangt dann in den unteren Bereich. Zur Fluidisierung wird eine möglichst geringe Menge Fluidisierungsgas verwendet. Falls erforderlich, kann eine geringe Menge Brennstoff über 10 zusätzlich zugegeben werden. Durch die zusätzliche Verweilzeit bei hoher Temperatur und sehr niedriger Fluidisationsgeschwindigkeit im Verweilzeitreaktor 6 wird erreicht, daß

durch eine lange Gesamtverweilzeit ein Aluminiumoxid mit sehr niedrigem Restchlorgehalt erzeugt wird und

nur die zur Aufrechterhaltung einer dichten Wirbelschicht im Unterteil des Wirbelschichtreaktors 1 erforderliche Feststoffmenge zurückgeführt wird.

Das aus dem Verweilzeitreaktor 6 austretende Verbrennungsgas wird gemeinsam mit dem aus Wirbelschichtreaktor 1 kommenden Gas in den Venturi-Trockner 15 geleitet und übernimmt dort die vorher beschriebene Funktion.

Um Korrosion durch kondensierende Salzsäure zu vermeiden, ist durch entsprechende Auswahl der Ausmauerung der Anlage sowie der Temperatur im Venturi-Trockner 15 und dem gesamten nachfolgenden Abgasystem dafür gesorgt, daß die Blechmanteltemperaturen der Behälter oberhalb 200 °C liegen. Besonders gefährdete Teile des Elektrofilters 20 können aus diesem Grund zusätzlich beheizt werden.

Aus dem Verweilzeitreaktor 6 wird über Leitung 8 ein Teil Feststoff in den Wirbelschichtreaktor 1 zurückgeführt und ein Teil mit der Dosiereinrichtung 9 abgezogen. Dieser Teilstrom wird einem Wirbelkühler 30 aufgegeben, der mit über Leitung 32 zugeführtem sauerstoffhaltigem

Gas fluidisiert wird. Das den Wirbelkühler 30 verlassende Gas wird in dem Zyklon 31 von Feststoff befreit, das Oxid über eine Rohrleitung in den Wirbelkühler zurückgeführt. Das erwärmte Gas gelangt über Leitung 4 als Sekundärgas in den Wirbelschichtreaktor 1.

Der bei der Fluidisierung nicht abgeführte Restwärmeinhalt des Oxides kann je nach der geforderten Austrittstemperatur an Kühlwasser, das in Kühlregister 24 geleitet wird, abgegeben werden.

Zur Einstellung der Kalziniertemperatur im Wirbelschichtreaktor 1 kann ein in weiten Grenzen variierbarer Anteil des Chlorids durch entsprechende Einstellung der Verteilerschurre 13 über die Eintragsvorrichtung 16 direkt in den Wirbelschichtofen 1 dosiert werden.

Infolge der guten Vermischung und des intensiven Wärmeaustausches zwischen Feststoff und Verbrennungsgas stellt sich im gesamten, aus Wirbelschichtreaktor 1 und Verweilzeitreaktor 6 gebildeten System eine gleichmäßige Kalziniertemperatur ein. Durch die Aufteilung der Verbrennungsgasmenge entsteht im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundär-gaseintritt des Wirbelschichtreaktors 1 eine Wirbelschicht mit hoher Feststoffkonzentration, die den Verbrennungsvorgang begünstigt. Durch interne Material-Rezirkulation im darüber befindlichen Ofenteil verringert sich die Materialkonzentration, so daß die in den Verweilzeitreaktor 6 eintretende Suspension eine vergleichsweise geringe Dichte besitzt.

Ausführungsbeispiel

Zur Durchführung des Verfahrens dient eine Anordnung, deren Wirbelschichtreaktor 1 einen Innendurchmesser von 1,3 m und eine lichte Höhe von 10 m, deren Verweilzeitreaktor 6 im unteren bis zur Rückführleitung 8 gehenden Bereich einen Innendurchmesser von 0,8 und eine lichte Höhe von 2 m und deren Wirbelkühler 30 zwei nacheinander durchfließbare Kammern aufweist.

Die Leitung 4 zur Einführung von Sekundärgas in den Wirbelschichtreaktor 1 befindet sich in einer Höhe von 2 m, die Leitung 5 zur Aufgabe von Brennstoff in einer Höhe von 0,3 m über dem Gasverteiler.

Vom Aufgabebunker 11 werden stündlich 4,7 t ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) mit einem mittleren Korndurchmesser  $d_{50} = 150 \mu\text{m}$  über die Dosierbandwaage 12 abgeführt und mittels der Verteilerschurre 13 so aufgeteilt, daß ca. 70% über die Eintragsvorrichtung 14 in den Venturi-Trockner 15 und ca. 30% über die Eintragsvorrichtung 16 direkt in den Wirbelschichtreaktor 1 gelangen.

Im Venturi-Trockner 15 stellt sich durch Mischung mit dem 850 °C heißen Abgasstrom aus dem Oberteil des Verweilzeitreaktors 6 eine Temperatur von etwa 250 °C ein. In dieser Stufe wird die gesamte Oberflächenfeuchte verdampft und das Chlorid teilweise gespalten. Der gemeinsam mit dem Gas ausgetragene Feststoff wird im Entstaubungszyklon 19 abgetrennt und gelangt über die Rückführleitung 23 in den Wirbelschichtreaktor 1. Die Endreinigung der Abgase erfolgt im Elektrofilter 20. Der abgeschiedene Staub wird ebenfalls in die Rückführleitung 23

eingespeist. Die Temperatur der HCl-haltigen Abgase am Austritt des Elektrofilters 20 liegt mit 220 °C genügend weit über dem HCl-Taupunkt, so daß Korrosion vermieden wird.

Über den Gasverteiler des Wirbelschichtreaktors 1 werden stündlich 756 Nm<sup>3</sup> kalte Luft über Leitung 2 zur Fluidisierung aufgegeben. 3025 Nm<sup>3</sup>/h im Wirbelschichtkühler 30 auf 250 °C vorgewärmte Sekundärluft wird über Leitung 4 zugeführt. Das Verhältnis von Primär- luft zu Sekundärluft beträgt 1 : 4.

Zur Deckung des Wärmebedarfs werden 305 kg/h schweres Heizöl in den Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 eingeleitet. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 ist die Verbrennung des Heizöls unvollständig. Oberhalb der Sekundärgasleitung 4 erfolgt ein vollständiger Ausbrand. Durch Feststoffzirkulation im Wirbelschichtreaktor 1 selbst und durch Feststoffrückführung aus dem Verweilzeitreaktor 6 stellt sich eine einheitliche Temperatur von 850 °C ein.

Im Oberteil des Verweilzeitreaktors 6 werden die aus dem Wirbelschichtreaktor 1 austretenden Feststoffe vom Gasstrom getrennt, gelangen in den Unterteil und bilden dort ein Wirbelbett. Über den Gasverteilerboden des Verweilzeitreaktors 6 werden stündlich 80 Nm<sup>3</sup> Luft zugeführt, um das Material gerade in fluidisiertem Zustand zu halten.

Bei einer mittleren Feststoffverweilzeit im Gesamtsystem von ca. 2,2 h erfolgt eine Aufteilung im Verhältnis 1 : 2 zwischen Wirbelschichtreaktor 1 und Verweilzeitreaktor 6. Der Druckverlust im Wirbelschichtreaktor 1 wird auf ca. 400 mm WS eingestellt. Die Suspensionsdichten betragen im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 4 ca. 200 kg/m<sup>3</sup>,

im Bereich oberhalb der Sekundärgasleitung 2 - 10 kg/m<sup>3</sup> und im Verweilzeitreaktor ca. 650 kg/m<sup>3</sup>.

Die Produktion in Höhe von 900 kg/h Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wird mit Hilfe der Austragsvorrichtung 9 aus dem Verweilzeitreaktor 6 aus- und in den Wirbelkühler 30 eingetragen.

Im Wirbelkühler 30 wird durch Fluidisierung mit 3025 Nm<sup>3</sup>/h Luft eine nicht expandierte Wirbelschicht erzeugt. Dabei wärmt sich die Luft auf 250 °C vor. Sie wird dann als Sekundärluft über Leitung 4 in den Wirbelschichtreaktor 1 eingeleitet. In der zweiten Kammer des Wirbelkühlers 30 wird das Oxid durch eingehängte Kühlregister 24, die von Kühlwasser durchströmt werden, auf ca. 80 °C gekühlt. Es verlässt schließlich den Wirbelkühler 30 mit dieser Temperatur.

Patentansprüche

- (1) Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat bei einem Wirbelzustand mit stark aufgelockerter Wirbelschicht und einem Gefälle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Schachtes, wobei die Feststoffe vom Gas getrennt und mindestens teilweise in das Wirbelbett zurückgeführt werden, dem Prozeß zu unterwerfendes Material in mindestens einem mit den Abgasen des Wirbelschichtofens betriebenen Schwebeaustauscher vorentwässert, erhitzt und/oder teilweise gespalten und dem Wirbelschichtreaktor zugeleitet wird, das Reaktionsprodukt einem Wirbelkühler aufgegeben wird, der mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus dem Wirbelkühler austretenden erhitzten Fluidisierungsgases dem Wirbelschichtofen als Sekundärgas oberhalb des Gasverteilers zugeleitet wird und die zur Durchführung der Reaktion erforderliche Beheizung durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß die vom Gas abgetrennten Feststoffe in einen mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierten Verweilzeitreaktor eingetragen werden, ein Feststoffteilstrom zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in den Wirbelschichtofen kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom nach hinreichend langer Verweilzeit dem Wirbelkühler zugeleitet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß im Wirbelschichtreaktor in der Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgaszuführung eine Suspensionsdichte von 20 bis 300 kg/m<sup>3</sup> und in der Zone oberhalb der Sekundärgasleitung eine Suspensionsdichte von 1 bis 20 kg/m<sup>3</sup> eingestellt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspensionsdichte im Verweilzeitreaktor auf größer 600 kg/m<sup>3</sup> eingestellt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Verweilzeit der Feststoffe im Wirbelschichtreaktor auf 10 bis 30 Minuten eingestellt wird.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Verweilzeit der Feststoffe im Verweilzeitreaktor auf das zweie- bis zehnfache der mittleren Verweilzeit im Wirbelschichtreaktor eingestellt wird.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß Sekundärgas in einer Höhe entsprechend 10 bis 30% der Höhe des Wirbelschichtreaktors zugeführt wird.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das\*Verhältnis von dem Wirbelschichtreaktor zugeführtem Sekundärgas zu Fluidisierungsgas auf 10 : 1 bis 1 : 1 eingestellt wird.

\*Mengen-

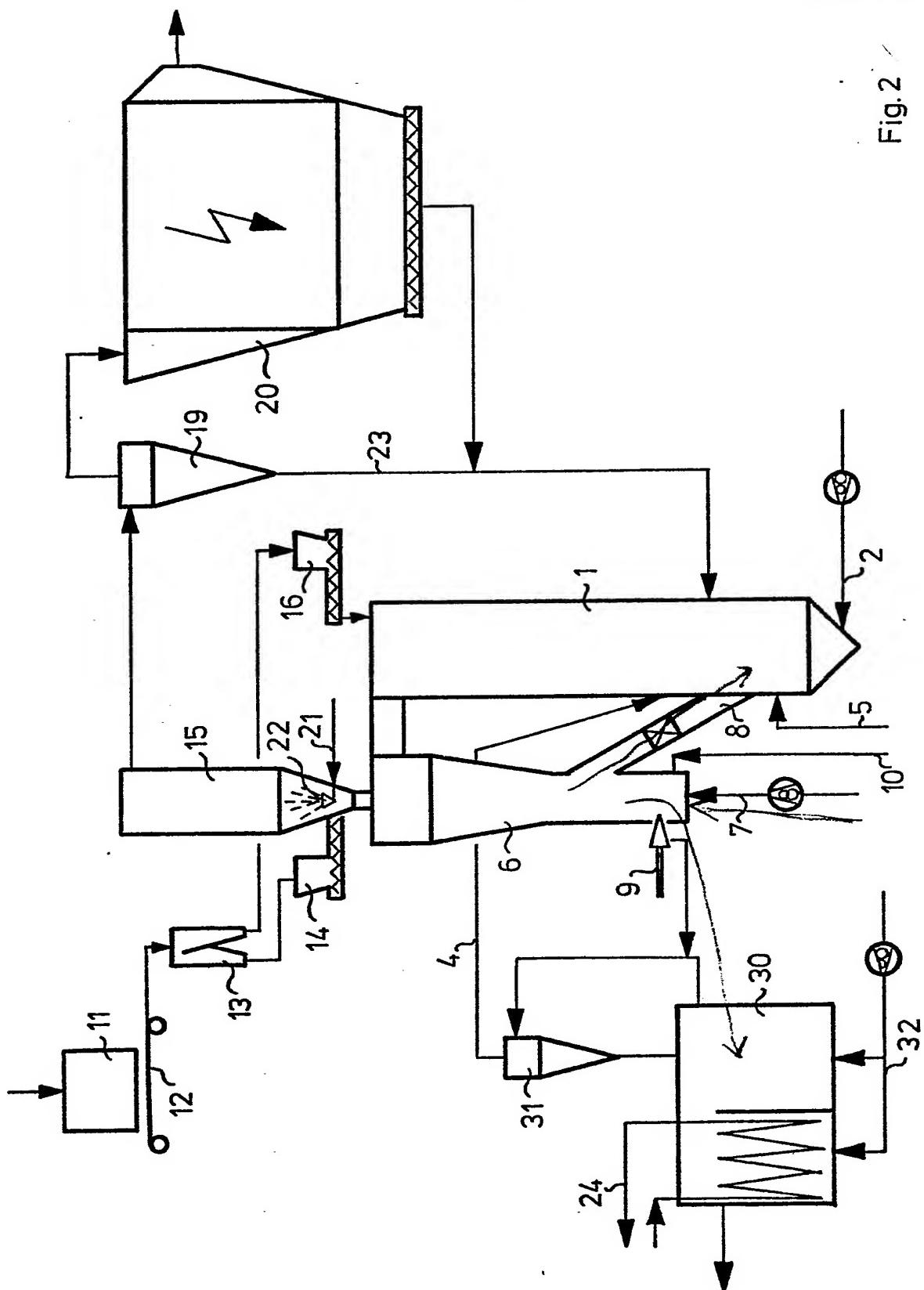
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, da - durch gekennzeichnet, daß der Verweilzeitreaktor beheizt wird.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, da - durch gekennzeichnet, daß das dem Prozeß zu unterwerfende Material dem Wirbelschichtreaktor teilweise direkt und teilweise indirekt nach Entzug von Wärme des Abgases aufgegeben wird.
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9 , da - durch gekennzeichnet, daß der abgeföhrte Feststoff- teilstrom in einem Wirbelkühler, der mehrere nacheinander durchfließbare Kammern aufweist, gekühlt wird.
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, da - durch gekennzeichnet, daß der abgeföhrte Feststoff- teilstrom in einem mit Kühlregistern zur Aufheizung des Fluidisierungsgases ausgestatteten Wirbelkühler gekühlt wird.
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, da - durch gekennzeichnet, daß als Fluidisierungsgas und/ oder Sekundärgas sauerstoffreiche Gase, vorzugsweise mit Sauer- stoffgehalten bis 70 Vol.%, eingesetzt werden.
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, da - durch gekennzeichnet, daß die den Schwebetauscher verlassenden Abgase in einem Elektrofilter oder in einem Venturi- Wäscher gereinigt und die abgeschiedenen Feststoffe bzw. die erhal- tene Trübe in den Wirbelschichtreaktor zurückgeführt werden.

.49.  
Leerseite

• 21.

2524541

Fig. 2



609852/0376

C01F

7-30

AT:03.06.1975 OT:23.12.1976

• 20 •

2524541

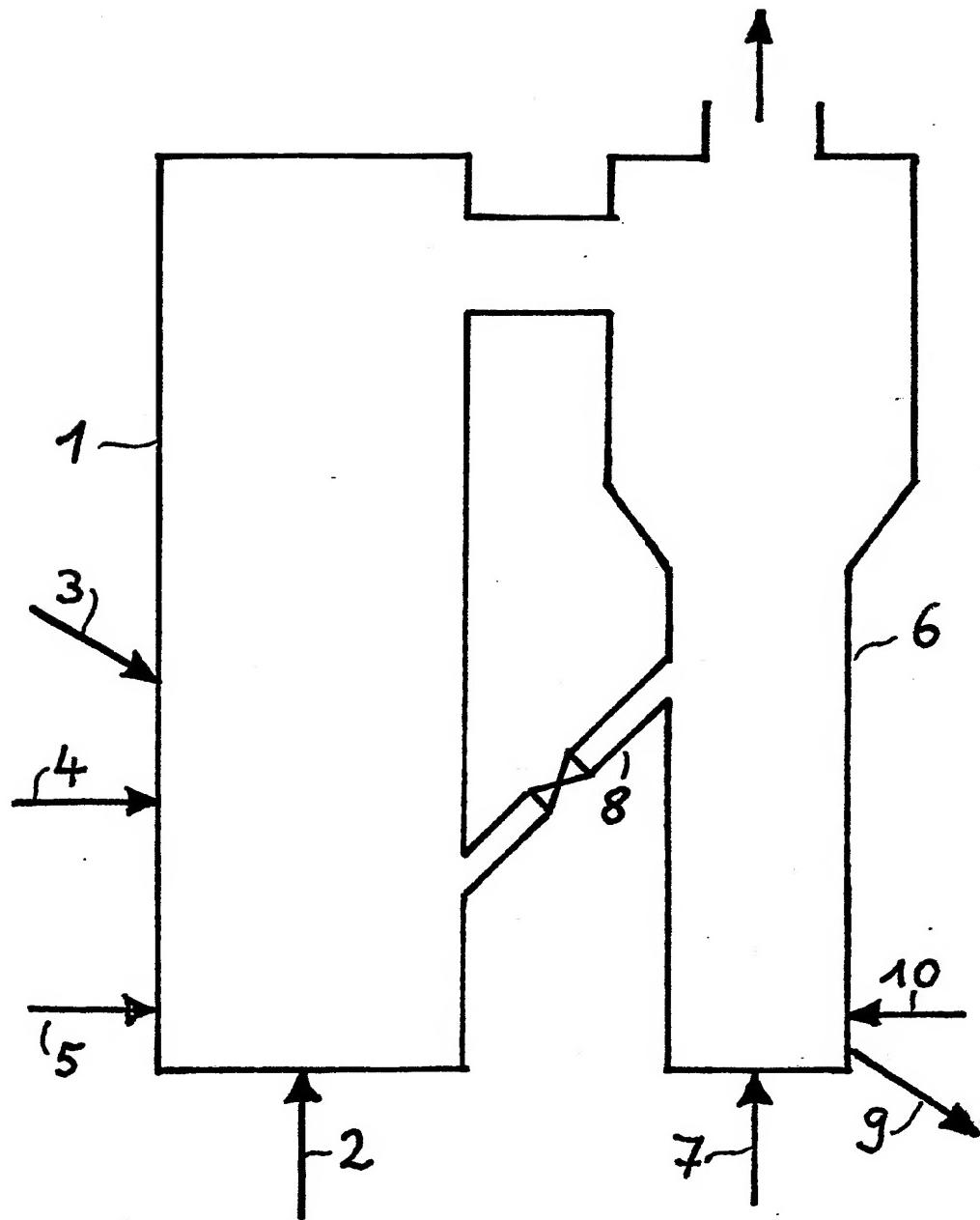


Fig. 1

609852/0376